

⑤1

Int. Cl. 2:

B 29 F 5/04

B 29 D 7/02

①9 **BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**

DEUTSCHES



PATENTAMT

DE 26 30 055 A 1

①1

Offenlegungsschrift 26 30 055

②1

Aktenzeichen:

P 26 30 055.0-16

②2

Anmeldetag:

3. 7. 76

④3

Offenlegungstag:

12. 1. 78

③0

Unionspriorität:

③2 ③3 ③1

⑤4

Bezeichnung:

Verfahren zum Reinhalten von Düsen- bzw. Lochplatten während der Extrusion von Kunststoffschmelzen

⑦1

Anmelder:

Bayer AG, 5090 Leverkusen

⑦2

Erfinder:

Wilhelm, Gerd, Dr., 4040 Neuss; Jäschke, Artur, 5000 Köln;
Simon, Hans-Jürgen, Dr., 4047 Dormagen; Schmidt, Jens, Dipl.-Ing.,
4040 Neuss; Sandhu, Surinder Singh, 4047 Dormagen

Prüfungsantrag gem. § 28 b PatG ist gestellt

DE 26 30 055 A 1

Patentansprüche

1. Verfahren zum Reinhalten von Loch- bzw. Düsenplatten bei der Extrusion von aus der Schmelze verformbaren Polymerstoffen, insbesondere ein Verfahren zur Vermeidung von Ablagerungen in der Nähe der Düsenmündungen durch Begasen dieser Düsenöffnungen am Schmelzeaustritt, dadurch gekennzeichnet, daß das Gas ganz oder teilweise aus Dämpfen solcher Stoffe besteht, die einen Abbauvorgang auf die aus der Schmelze stammenden Ablagerungen am Düsenrand ausüben.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Polymerstoffe, bei der Extrusion die Begasung angewendet wird, in der Regel polymere Additions- und Kondensationsprodukte wie Polyester, Polyamide und Polyurethane darstellen.
3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß für die Begasung eines zur Extrusion gelangenden Polykondensates als Gas ganz oder teilweise Dampf verwendet wird, der aus der Flüssigkeit des niedermolekularen Produktes der dem Polymeren entsprechenden Polykondensationsreaktion gebildet wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Gas vornehmlich Wasserdampf verwendet wird.
5. Verfahren nach Anspruch 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß den Dämpfen zur Verbesserung der Abbauwirkung leichtflüchtige Basen und/oder Säure in Spuren zugesetzt werden.
6. Verfahren nach Anspruch 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Dämpfe vor ihrem Kontakt mit der austretenden Schmelze eine Temperatur oberhalb des normalen Siedepunktes der Flüssigkeit einnehmen und in der Regel nicht mehr als 100 °C höher erhitzt sind als die extrudierte Schmelze selbst, bevorzugt jedoch dieselbe Temperatur wie die Schmelze haben.

7. Verfahren nach Anspruch 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß das Gas, das ganz oder teilweise aus solchen Stoffen besteht, die einen Abbauvorgang auf die aus der Schmelze stammenden Ablagerungen ausüben, die Schmelze an ihrem Austritt aus der Düsenplatte vollständig bespült und mit ihr nahezu gleichgerichtet von der Düsenplatte abströmt.
8. Verfahren nach Anspruch 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Gas an der Kontaktstelle mit der Schmelze in der Regel eine im Mittel höhere Geschwindigkeit als die Schmelze aufweist.
9. Verfahren nach Anspruch 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß der von der Düsenplatte abströmende Massenstrom des Dampfes in der Regel nicht größer als derjenige der Schmelze ist, daß jedoch bevorzugt der Massenstrom des Dampfes zwischen 0,1 und 10 % vom Wasserstrom der Schmelze ausmacht.

509 Leverkusen, Bayern

Ad/AB

2. JULI 1976

Verfahren zum Reinhalten von Düsen- bzw. Lochplatten während der Extrusion von Kunststoffschmelzen

Die Erfindung betrifft die Reinhaltung von Loch- bzw. Düsenplatten von solchen Ablagerungen, die sich während der Extrusion schmelzförmiger Produkte in der Nähe der Düsenmündung bilden.

Es ist bekannt, daß sich bei der Extrusion von Kunststoffschmelzen an den Rändern der Düsenenden Ablagerungen bilden. Solche Materialansammlungen stammen aus der ausgedüsten Schmelze selbst und können mit dem Luftsauerstoff reagieren. Sie bilden sich zu festen Schmelzkrusten entlang der gesamten Düsenbe-
randung aus und führen zu Störungen des Extrusionsvorganges selbst und/oder zu Qualitätsminderungen des ausgedüsten Produktes, wenn sich Teile der Ansammlungen im Laufe der Zeit ablösen.

Bei Schmelzspinnvorgängen zur Erzeugung von Fasern und Filamenten verursachen die Schmelzkrusten eine Auslenkung des aus-
tretenden Schmelzfadens und dann nach mehr oder weniger langer Zeit Spinnstörungen.

Bei der Extrusion von Schmelzsträngen, die zu Granulat weiterverarbeitet werden, bilden sich in gleicher Weise Krusten

Le 17 032

709882/0212

am Düsenrand. Bei entsprechender geometrischer Gestalt der Krusten wird Schmelze aus dem austretenden Strang seitlich an die Düsenplatte abgeleitet und zu Tropfen geformt, die sich von einer bestimmten Größe ab von der Düsenplatte lösen und ins Granulat gelangen. Solche erstarrten Schmelztropfen sind wegen ihrer längeren Aufenthaltszeit an der Düsenunterseite geschädigt und mindern die Qualität hochwertigen Kunststoffgranulats.

Ebenso kann bei der Extrusion von Kunststoffschmelze zu Folien die Düsenberandung von Wülsten aus Schmelze belegt sein, die ab und zu Material in die entstehende Folie abgeben und zu störenden Inhomogenitäten in der fertigen Folie führen.

Generell ist das Problem der Verschmutzung des Kunststoffzeugnisses durch sich ablösende Krusten bzw. Wülste von der Düsenberandung von besonderer Bedeutung, wenn das Verhältnis von Oberfläche zu Volumen des Kunststoffzeugnisses besonders groß ist, also vor allem bei Strängen, Drähten, Filamenten und Folien; denn bei diesen Produkten führen Verunreinigungen sehr leicht zu sichtbaren und qualitätsmindernden Fehlern.

Um diese störenden Effekte zu verhindern oder abzumildern sind unter anderem zwei das Problem betreffende, der Art nach aber verschiedenartige Maßnahmen bekannt. Demnach übt einmal die Gestalt der Düsenberandung - sowohl der geometrischen Form wie der Oberflächenbeschaffenheit nach - einen Einfluß auf die Krusten - bzw. Wulstbildung aus. Man kann so das Bemühen erklären, dem Düsenende am Austritt der Schmelze eine besondere geometrische Form und/oder eine besondere Oberflächenbeschaffenheit zu geben. Zum Beispiel in den US-PSen 3 456 292 und 3 608 040 sowie in der DT-PS 1710 621 und in der FP-PS 1 299 629 sind derartige Vorschläge beschrieben. Die zweite, im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung erwähnenswerte Maßnahme betrifft die Begasung von Düsen bzw. Düsenplatten mit Inertgasen wie Stickstoff und Wasserdampf an der Austrittsseite der Schmelze. Vornehmlich soll dadurch vermieden werden, daß die

sich an der Düsenöffnung ansammelnden Schmelzrückstände zu einer harten Ablagerung oxidieren. Die Maßnahme der Begasung mit Inertgas ist in der US-PS 3 229 330 und in der DT-OS 2 353 824 beschrieben. Eine solche Begasung von Düsenplatten verhindert mehr oder weniger eine Sauerstoffschädigung von Ablagerungen, die aus der Schmelze stammen und sich in der Nähe der Austrittsöffnung der Schmelze an der Düsenplatte bilden. Die Erfahrung zeigt aber, daß auch nicht oxidierte Schmelzreste, die an der Düsenlippe längere Zeit haften, sich strukturell verändern. Lösen sich Teile dieser Ablagerungen ab, so können sie im Fertigprodukt als sichtbare und störende Einschlüsse in Erscheinung treten. Ferner hat sich gezeigt, daß ebenso wie die Maßnahme der Begasung mit Inertgas auch die geometrische Ausgestaltung des Düsenendes auf der Austrittsseite der Schmelze das Auftreten von Ablagerungen an den Düsenlippen prinzipiell nicht verhindert, sondern allenfalls mildert.

Aus den geschilderten Umständen stellt sich als Aufgabe die Forderung, ein Verfahren und/oder eine Vorrichtung zu entwickeln, mit denen sich aus der Schmelze stammende Ablagerungen an Düsenberandungen ohne Unterbrechnung des Extrusionsvorganges beseitigen lassen.

Diese Aufgabe wird gelöst, indem Düsenmündungen in geeigneter Form auf der Seite des Schmelzaustritts mit Gasen oder Dämpfen oder Dampf/Gasgemischen solcher Stoffe begast werden, die einen Abbauvorgang auf die aus der ausgedüsten Schmelze stammenden Ablagerungen an den Düsenlippen ausüben.

Gegenstand der Erfindung ist daher ein Verfahren zum Reinhalten von Loch- bzw. Düsenplatten bei der Extrusion von aus der Schmelze verformbaren Polymerstoffen insbesondere eine Reinhaltung von Ablagerungen in der Nähe der Düsenmündungen durch Begasen dieser Düsenöffnungen am Schmelzaustritt, dadurch gekennzeichnet, daß das Gas ganz oder teilweise aus Dämpfen solcher Stoffe besteht, die einen Abbauvorgang auf die aus der Schmelze stammenden Ablagerungen am Düsenrand ausüben.

Für die Anwendung des erfindungsgemäßen Gedankens wird es in der Regel erforderlich sein, daß der Zustand des Gases, insbesondere hinsichtlich Art, Zusammensetzung und Temperatur, und der Zustand der austretenden Schmelze, vor allem im Hinblick auf Ausströmgeschwindigkeit und Temperatur, so aufeinander abgestimmt sind, daß die Depolymerisationswirkung auf den extrudierten Formling äußerst gering ist, daß aber aus der Schmelze stammende Reste unter einer längeren Einwirkung der Begasung abgebaut werden, wobei sich die Abbauprodukte im Regelfall verflüchtigen und mit dem Dampf/Gas und/oder dem Kondensat des Dampfes fortgetragen werden. Ferner wird es erforderlich sein, daß die strang-, faser- oder folienbildende Schmelze allseits an der Düsenmündung von Dampf bzw. Gas umspült wird. Dabei ist es vorteilhaft, den Dampf bzw. das Gas gleichgerichtet mit der Schmelze von der Düsenplatte austreten zu lassen. Die Strömung des Dampfes/Gases sollte zweckmäßiger Weise nach Richtung und Geschwindigkeit so gewählt werden, daß die Form der austretenden Schmelze, beispielsweise als Strang, Filament oder Folie, gegenüber dem Fall der Nichtbegasung nicht nachteilig beeinträchtigt wird.

Auf den bevorzugten Bereich der Dampf- bzw. Gastemperatur wird durch die in den folgenden Beispielen angegebenen Bedingungen hingewiesen.

Le A 17 032

- 4 -

709882/0212

Als Kunststoffschmelzen, auf die die Erfindung anwendbar ist, kommen primär strang-, faser- oder folienbildende Kondensations- und Additionsprodukte, wie Polyamide, Polycarbonate, Polyester und Polyurethane sowie ihre Copolymeren in Betracht. Die Depolymerisationswirkung auf oben erwähnte Ablagerungen, die sich bei der Extrusion solcher Kunststoffschmelzen an den Düsenberandungen bilden, geht von Stoffen aus, deren Dampf oder Flüssigkeit reaktiv ist. Hierzu unterscheidet sich die vorliegende Erfindung wesentlich von solchen, bei denen durch ein Schutzgas eine "inerte" Atmosphäre an der Düsenöffnung geschaffen wird, wie es z.B. in der US-PS 3 229 330 bzw. in der DT-OS 2 353 824 beschrieben ist. Unter den Stoffen, die dampfförmig oder flüssig eine Depolymerisationseinwirkung ausüben, ist vorzugsweise Wasser zu nennen. Andere Stoffe ähnlicher Wirkung sind z.B. Alkohole und Amine.

Fig. 1 stellt die technische Realisierung der Erfindung im Fall der Spinn Düsen für Filamentgarne dar. Die Unterseite einer solchen Düsenplatte (1) mit drei Lochreihen von Düsenöffnungen (2) ist dort, Fig. 1, skizziert. Sowohl zwischen den drei Lochreihen wie auch an ihren Außenseiten sind Dampfkanäle angebracht, die durch Leisten (3) abgedeckt werden. Das Schnittbild einer solchen Düsenplatte (1) gemäß Fig. 2 zeigt eine mögliche Art der Begasung der extrudierten Filamente. Die dampfführenden Kanäle (5), die an einer geeigneten Stelle (4) mit Dampf versorgt werden, leiten den Dampf gleichverteilt durch Schlitz (6) an die aus den Düsenöffnungen (2) austretende

8
Schmelze, so daß die Filamente in der Nähe der Düsenplatte (1) allseits von Dampf umspült werden. Der Dampfstrom kann mit Hilfe von verstellbaren Leisten (3) durch Verändern der Spaltbreite der Schlitz (6) eingestellt werden.

Fig. 3 zeigt die Anwendung des erfinderischen Gedankens bei der Extrusion von Schmelze aus Düsenöffnungen zu Strangmaterial. Mit der Düsenplatte (1) sind konzentrische Einsätze (2) fest verbunden. Die Schmelze, die strangförmig aus Öffnungen (3) austritt, wird von Dampf umspült, der aus dem Dampfraum (4) über den Außenkonus des Einsatzes (2) durch Ringspalte (5) ausströmt. Der Dampfraum (4), der eine Versorgungsöffnung (6) aufweist, ist im übrigen durch die Platte (7) gegenüber der Umgebung abgeschlossen.

Die Anwendung des beanspruchten Verfahrens der Begasung mit reaktiven Stoffen auf Schlitzdüsen bei der Extrusion von Kunststoffschmelzen, bestehend aus Kondensations- oder Additionsprodukten, zu Folien ist derjenigen bei der Herstellung von Strangmaterial und Filamentgarnen vergleichbar; generell sei aber festgestellt, daß die Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens nicht eng mit einer speziellen Düsenform verknüpft ist.

Der erzielte Vorteil der Anwendung des Verfahrens liegt in der Verringerung des Wartungsaufwandes für Düsen bzw. Düsenplatten, die zur Extrusion von Kunststoffschmelzen aus Kondensations- und Additionsprodukten verwendet werden. Je nach Form der Düse und der Art des Extrudates sind bei Verwendung unbegaster Düsen häufige Reinigungen der Austrittsöffnungen notwendig. Die an der Düsenöffnung befindlichen Ablagerungen selbst oder auch Riefen an den Düsenlippen leiten Schmelze aus dem ausgedüsten Kunststoff an die Unterseite der Düsenplatte ab und stören den Extrusionsvorgang. Bei Spinnndüsen für Filamentgarne sind unter Umständen sogar ein- oder mehrmalige Unterbrechungen des Spinnvorganges notwendig, um die aus der Schmelze stammenden Ansammlungen am Düsenrand meist mechanisch zu entfernen. Im Falle der Begasung der Düsen mit Dämpfen reaktiver Stoffe werden diese mechanischen Reinigungen überflüssig. Damit unterbleiben auch die sonst üblichen Unterbrechungen des Extrusionsvorganges, womit sich die Ausbeute der ausgedüsten Kunststoffschmelze wesentlich erhöht. Neben dem wirtschaftlichen Vorteil längerer Standzeiten von Düsenplatten und höherer Ausbeute der Kunststoffschmelze ist die qualitative Verbesserung des extrudierten Kunststoffs unter Umständen der entscheidende Vorteil des beanspruchten Verfahrens. Lösen sich beispielsweise Produktanhäufungen vom Düsenrand einer unbegasten Düse und gelangen ins Granulat für hochwertiges Spinngut, so sind sie häufig Ursache von Fadenbrüchen und Produkt in Homogenitäten. Solche störenden Einflüsse bleiben bei der Anwendung des beanspruchten Verfahrens vermeidbar, da die Qualität des eingesetzten Granulats verbessert wird.

Wie oben erwähnt, ist die Begasung von Düsenplatten an der Austrittsseite der Schmelze mit Inertgasen bekannt; zur Vermeidung von Oxidationen werden als Schutzgas Stickstoff und Wasserdampf verwendet. Schafft man nach einem so beanspruchten Verfahren eine derartige Schutzgasatmosphäre an der Düsenplatte um die austretende Schmelze, so zeigt sich erwartungsgemäß, daß an den Düsenmündungen bereits vorhandene Ablagerungen, die aus der Schmelze stammen, sich unter der Wirkung der Begasung nicht beseitigen lassen. Überraschenderweise wurde nunmehr festgestellt, daß sich solche Ablagerungen in der Nähe von Düsenmündungen verringern, ihren Kontakt mit der austretenden Schmelze verlieren und sich schließlich beseitigen lassen, wenn ein geeignetes Begasungsmedium in reaktivem Zustand in günstiger Art und Weise mit den Ablagerungen in Kontakt gebracht wird. Dieser überraschende technische Effekt wurde bei der Extrusion von Polyamid beobachtet, als nach Begasung der Düsenränder mit stark überhitztem Wasserdampf wulst- oder tropfenartige Ablagerungen an den Düsenlippen zusammenschrumpften. Dieser beobachtete Effekt hängt offenbar damit zusammen, daß der benutzte Dampf nach Art und Zustand nicht inert, sondern so reaktiv war, daß die an der Düsenmündung abgelagerten Teile der Schmelze in einer nach Stunden zu bemessenden Zeit abgebaut wurden, wobei die im Formling abfließende Schmelze durch diesen Abbauvorgang nicht beeinträchtigt wird. Diese Lösung der gestellten Aufgabe hebt sich von anderen Vorschlägen deutlich ab, die mit Hilfe von Inertgasen eine Schutzgasatmosphäre um den Schmelzaustritt an Düsenplatten schaffen. Über die Wirksamkeit des Verfahrens geben quantitative Versuche Auskunft, die mit Polyamid-6 durchgeführt wurden.

Beispiel 1

Um prinzipiell den Abbauvorgang polymerer Substanz unter den Bedingungen einer Begasung mit Dampf eines reaktiven Stoffes nachzuweisen, wurden in ein zylindrisches Gefäß von 50 mm Innendurchmesser und 40 mm lichter Höhe je Versuch 5 Stück Polyamid-6-Schnitzel mit einer Masse von zusammen etwa 40 mg eingefüllt und auf der Bodenplatte des Gefäßes in Stickstoffatmosphäre aufgeschmolzen und auf 250°C erhitzt. Nach dem Aufschmelzen wurden die Schnitzel mit auf 250°C überhitztem Wasserdampf von 1 bar Druck gespült, indem durch eine Öffnung der Deckelplatte des zylindrischen Gefäßes Wasserdampf in das Gefäß eingelassen wurde. Der Wasserdampf überstömte die Schnitzel, trat an einer zweiten Öffnung der Deckelplatte aus und wurde zu seiner Mengenmessung anschließend in einem Kondensator niedergeschlagen. Die eingesetzten Schnitzel waren aus hydrolytisch polymerisiertem ϵ -Caprolactam hergestellt und wiesen einen Extraktgehalt von 10,5 Massen-% auf, wovon 8,2 Massen-% auf die Monomersubstanz entfielen. Der Extraktgehalt wurde gravimetrisch nach 24-stündiger methanolischer Extraktion der Schnitzel im Soxhletischen Apparat ermittelt. Die mittlere Molmasse (Zahlenmittel) der Schnitzel betrug etwa 18000 kg/kmol, ermittelt nach Extraktion der in Methanol löslichen Oligomeren. Die während eines Versuchs über die Schnitzel geleitete Dampfmenge lag zwischen 0,1 bis 0,25 kg/h. Die folgende Tabelle 1 stellt die Ergebnisse der Versuche dar, und zwar ist der jeweiligen Begasungsdauer der prozentuale Materialverlust der ursprünglichen Probenmenge zugeordnet. Es ist erkennbar, daß über eine Langzeit ein Abbauvorgang an den eingesetzten Schnitzeln auftritt und der Materialverlust nach 48 Stunden beispielsweise mehr als die Hälfte des eingesetzten Materials beträgt.

Tabelle 1:

12

2630055

Materialverlust begaster Schnitzel in Abhängigkeit von der Begasungsdauer. Wasserdampf Temperatur 250°C.

Begasungs- dauer	2	6,5	8	19	29	48
Materialver- lust der Schnitzel (%)	12,6	15,9	20,0	33,9	37,7	52,6

Beispiel 2

Dieselben Versuchsbedingungen wie beim zuvor genannten Beispiel wurden auch bei der Versuchsreihe dieses Beispiels eingehalten. Jedoch betrug die Überhitzungstemperatur des Wasserdampfes jetzt 110°C. Die Ergebnisse dieser Versuchsreihe sind in Tabelle 2 in derselben Weise wie zuvor zusammengefaßt. Es ist ersichtlich, daß der Materialverlust durch Begasung stets weniger als 20 % beträgt. Bedenkt man, daß etwa die Hälfte dieses Verlustes durch die Ausgasung ursprünglich vorhandener leichtflüchtiger Bestandteile erklärbar ist, so ist unter den Bedingungen dieses Beispiels die Abbauwirkung des Wasserdampfes nicht nennenswert und nicht augenfällig.

Tabelle 2:

Materialverlust begaster Schnitzel in Abhängigkeit von der Begasungsdauer. Wasserdampf Temperatur 110°C.

Begasungs- dauer (h)	1	8	18	28	40	50
Material- verlust der Schnitzel (%)	10,8	12,8	15,8	16,0	16,2	19,6

Le A 17 032

- 10 -

709882/0212

Der Vergleich der Beispiele 1 und 2 zeigt, daß die Abbauwirkung des Dampfes wesentlich von den Zustandsbedingungen des Dampfes und der Schnitzel abhängt. Die reaktive Wirkung des Dampfes wird unter den Beispielbedingungen erst bei höheren Dampftemperaturen augenfällig und für die technische Anwendung verwertbar.

Beispiel 3

In derselben Vorrichtung, wie in Beispiel 1 beschrieben, wurden Polyesterschnitzel begast. Von diesem Material, das aus Polyäthylenterephthalat mit einer mittleren Molmasse von 11000 kg/kmol bestand und sich zur Verspinnung zu Fasermaterial eignete, wurden je Versuch 10 Schnitzel mit einer Masse von zusammen etwa 180 mg in das beschriebene Gefäß eingefüllt, auf seiner Bodenplatte in Stickstoffatmosphäre aufgeschmolzen und auf 290°C erhitzt. Nach dem Aufschmelzen werden die Schnitzel mit auf 250°C überhitztem Wasserdampf bei Atmosphärendruck in der im Beispiel 1 beschriebenen Art begast. Die während eines Versuchs über die Schnitzel geleitete Dampfmenge lag bei etwa 0,4 kg/h. Tabelle 3 stellt die Ergebnisse der Versuche dar, wobei der jeweiligen Begasungsdauer der prozentuale Materialverlust der ursprünglichen Probenmenge gegenübergestellt ist.

Tabelle 3

Begasungsdauer (h)	2	4	5	7
Materialverlust der Schnitzel (%)	16,3	22,7	33,6	66,7

Beispiel 4

Die gleichen Versuchsbedingungen, wie in Beispiel 3 beschrieben, wurden beibehalten. Lediglich der Massenstrom des über die Schnitzel geleiteten Wasserdampfs betrug jetzt im Mittel 1,5 kg/h. Tabelle 4 zeigt im Vergleich zu Tabelle 3 die stärkere Abbauwirkung des größeren Dampfstromes auf das polymere Material.

Tabelle 4

Begasungsdauer (h)	2	4	6
Materialverlust der Schnitzel (%)	24,6	43,7	64,1

Beispiel 5

Die in Beispiel 3 mitgeteilten Versuchsbedingungen wurden mit Ausnahme der Schmelztemperatur der Polyesterschnitzel beibehalten. Die Schmelztemperatur betrug jetzt 250°C . Tabelle 4 zeigt für diese Bedingungen die Abbauwirkung, die sich wegen der geringen Temperatur der Schmelze gegenüber Beispiel 3 verringert, aber noch deutlich erkennbar bleibt.

Tabelle 5

Begasungsdauer (h)	3	5	6	7	23
Materialverlust der Schnitzel (%)	2,1	3,5	4,8	7,1	24,2

Beispiel 6

Das in Beispiel 3 beschriebene Polyestermaterial wurde auch in diesem Fall in der in Beispiel 1 beschriebenen Vorrichtung untersucht. Das Polymermaterial wurde in bekannter Weise auf 250°C erhitzt und die erweichten Schnitzel sodann mit überhitztem Methanoldampf von 210°C bei Atmosphärendruck begast. Die Dampfmenge betrug

etwa 0,3 kg/h. Tabelle 5 zeigt die Wirkung der Begasung, indem der Begasungsdauer der prozentuale Materialverlust an Polymerisat gegenübergestellt ist. Die Versuchsdaten zeigen eine starke Abbauwirkung, die bei Methanoldampf wesentlich größer als bei Wasserdampf bei sonst gleichen Bedingungen ist.

Tabelle 6

Begasungsdauer (h)	1	2	3	4	5	6
prozentualer Materialverlust der Schnitzel (%)	1,6	11,6	22,3	30,7	48,6	51,9

Beispiel 7

Zusätzlich zu den grundsätzlichen Versuchen gemäß Beispiel 1 bis Beispiel 5 sind vor allem Testergebnisse an Düsenplatten geeignet, die Wirksamkeit des beanspruchten Verfahrens auf die Reinhaltung und damit auf die Standzeit der Düsen zu zeigen.

Bleiben herkömmliche Düsenbohrungen zum Extrudieren von Polyamidschmelze längere Zeit nicht gewartet und nicht begast, so bilden sich an der Düsenunterseite in der Nähe

der Düsenmündungen aus der Schmelze stammende Ablagerungen. Nach einiger Zeit beeinflussen diese den austretenden Schmelzestrang so, daß aus ihm Schmelze tropfenweise an die Unterseite der Düsenplatte abgeleitet wird. Von Tag zu Tag nimmt die Anzahl tropfenbildender Düsenöffnungen zu. Kurve A in Fig. 4 zeigt die Zunahme tropfenbildender Düsenlöcher über einen Beobachtungszeitraum von 16 Tagen. Auf der Abszisse ist die Anzahl der Beobachtungstage und auf der Ordinate der prozentuale Anteil tropfenbildender Düsen angegeben.

Die Schmelze aus Polyamid-6 mit denselben kennzeichnenden Materialeigenschaften wie der in Beispiel 1 beschriebene Kunststoff wurde aus 4 mm großen, zylindrischen, senkrecht stehenden Düsen bei 250°C und einem Mengenausstoß von 15 kg/h nach unten ausgedüst und so rasch abgezogen, daß der abgekühlte Schmelzestrang einen Durchmesser von etwa 2 mm aufwies. Bei dem willkürlich gewählten Beobachtungsbeginn bildeten sich bereits an 18 % der beobachteten Düsenlöcher Schmelzetropfen. Die Zunahme tropfenbildender Düsen über einen Zeitraum von 16 Beobachtungstagen läßt sich an der die Meßpunkte ausgleichenden Kurve A in Figur 4 ablesen und beträgt für die Beispielbedingungen etwa 8 %.

Bei Verwendung von Düsenplatten, die Gelegenheit zur Dampfbegasung boten und gemäß Fig. 3 aufgebaut waren, wurde die zuvor genannte Kunststoffschmelze unter den zuvor beschriebenen Bedingungen ausgedüst. Zunächst wurde aber die Extrusion ebenfalls ohne Dampfzufuhr vorgenommen.

18

2630055

Wie die die Meßpunkte ausgleichende Kurve B in Fig. 4 nachweist, blieben die Düsen 6 Tage nach ihrer Inbetriebnahme von Schmelzetropfen an den Düsenlippen frei. Erst als am 18. Tage nach Verwendung der Düsen 10 % der Düsenmündungen Tropfen zeigten, wurden die Düsenenden durch den Ringspalt 5 gemäß Fig. 3 mit 250°C heißem Wasserdampf von 1 bar Druck unter sonst unveränderten Bedingungen begast. C bezeichnet den Zeitraum, in dem auf die Anwendung von Dampf verzichtet wurde. Im Zeitraum D wurden die Düsenöffnungen erfindungsgemäß mit Dampf begast.

Wie das Meßergebnis, charakterisiert durch Kurve B in Fig. 4, bestätigt, ließ sich nach kurzer Wirkungsdauer von 6 Tagen die Bildung von Schmelztropfen durch den reaktiven Wasserdampf unterbinden.

Le A 17 032

- 16 -

709882/0212

2630055

Nummer: 26 30 055
Int. Cl.²: B 29 F 3/04
Anmeldetag: 3. Juli 1976
Offenlegungstag: 12. Januar 1978

. 212 :

Fig.1

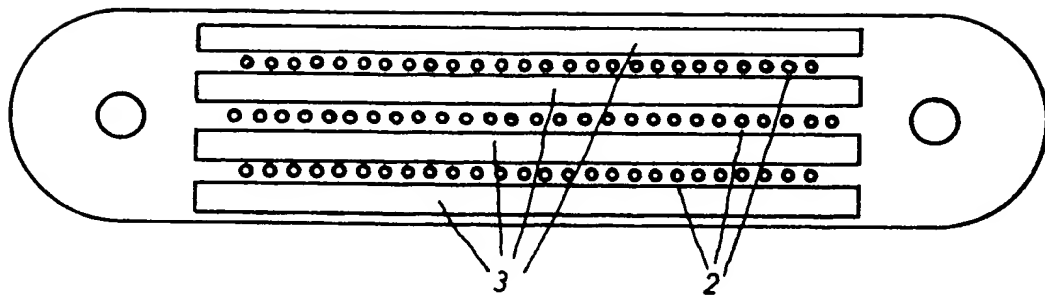
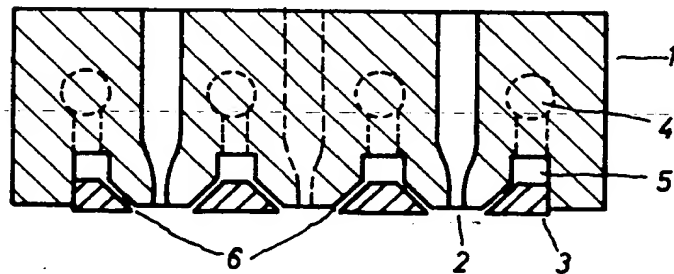


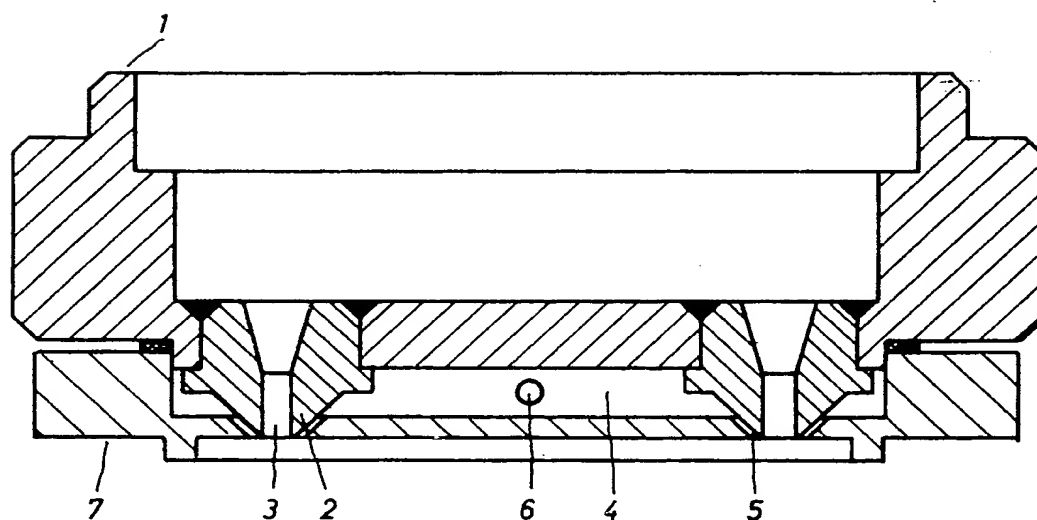
Fig.2



709882/0212

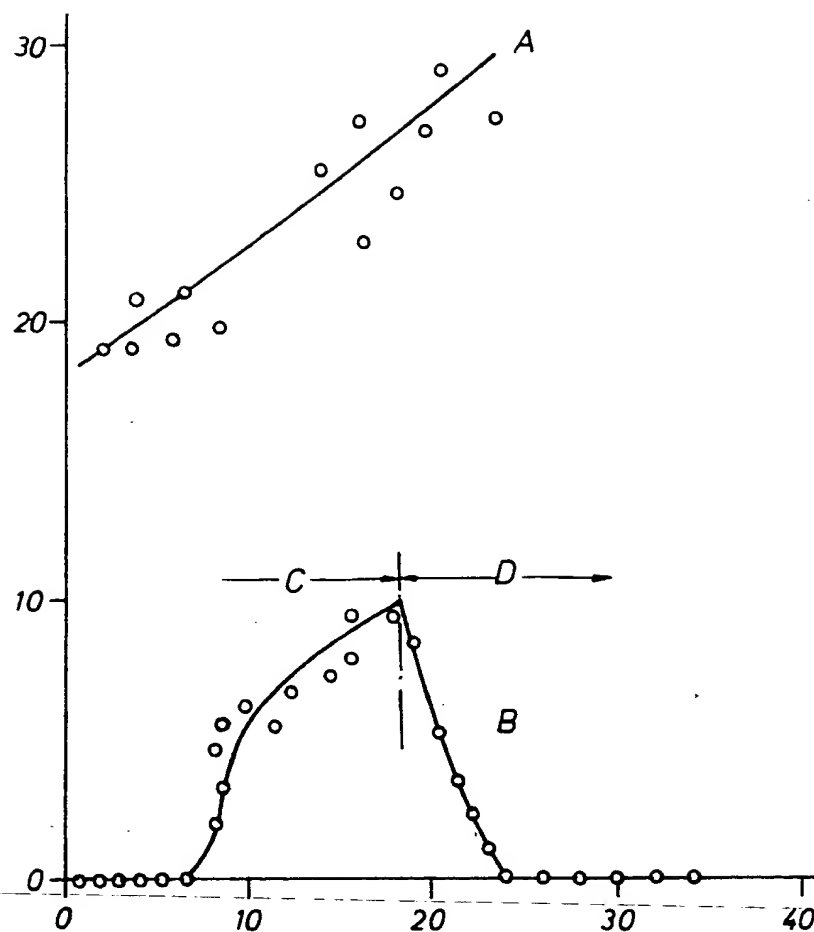
ORIGINAL DISPROTECTED

Fig. 3



2630055

Fig.4



709882/0212